

## HPLC 法测定宫瘤宁片中野黄芩苷

张若燕<sup>1</sup>, 杨 锡<sup>2</sup>, 陈朝晖<sup>2</sup>, 赵建邦<sup>2</sup>

(1. 北海食品药品检验所, 广西 北海 536000; 2. 甘肃省药品检验所, 甘肃 兰州 730000)

宫瘤宁片是由海藻, 三棱, 半枝莲等 10 多味中药制成的中药新药, 具有软坚散结, 活血化瘀, 扶正固本之效, 用于子宫肌瘤的治疗。新药质量标准采用容量法测定了海藻中的含碘量, 但由于碘的量低, 用容量法测定误差较大。半枝莲为该方的主要药味, 而野黄芩苷为半枝莲的主要活性成分。因此, 本实验采用高效液相色谱法测定了野黄芩苷。结果准确, 可靠, 可作为本品的质量控制方法。

### 1 仪器与试剂

LG—2010 高效液相色谱仪(日本岛津), Mettler AE 160 电子天平(瑞士), KQ—250B 型超声波清洗器(上海), 野黄芩苷对照品(中国药品生物制品检定所), 宫瘤宁片由甘肃武威制药有限公司提供; 甲醇为色谱纯, 超纯水, 其他试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

2.1 色谱条件: 色谱柱: C<sub>18</sub> ODS 色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5 μm); 流动相: 甲醇-水-醋酸(35 : 61 : 4); 体积流量: 1.2 mL/min; 进样量: 10 μL; 检测波长: 335 nm; 柱温: 30 ℃。理论塔板数按野黄芩苷计算不低于 15000。色谱图见图 1。

2.2 对照品溶液的制备: 精密称取野黄芩苷对照品溶液适量, 加甲醇制成 34.4 μg/mL 的溶液, 即得。

2.3 供试品溶液的制备: 取宫瘤宁片 20 片, 除去包衣, 精密称定, 研细, 精密称定 5.0 g, 置具塞锥形瓶中, 精密加入甲醇 50 mL, 密塞, 称定质量, 超声提取 20 min, 放冷, 再称定质量, 用甲醇补足减失的质量, 摇匀, 静置, 滤过, 取续滤液, 即得。

2.4 阴性对照溶液的制备: 按处方比例及制备工艺配制不含半枝莲的阴性对照, 并按上述供试品溶液的制备方法制成阴性对照溶液, 即得。

2.5 线性关系考察: 精密量取野黄芩苷对照品溶液 2、4、6、8、10、15 μL 注入液相色谱仪中, 测定。以峰面积积分为纵坐标, 进样量为横坐标, 进行线性回归。得回归方程  $A = 2389853.7C - 31512.3$ ,  $r = 0.9997$ 。结果表明野黄芩苷进样量在 0.0688 ~ 0.5160 μg 与峰面积具有良好的线性关系。

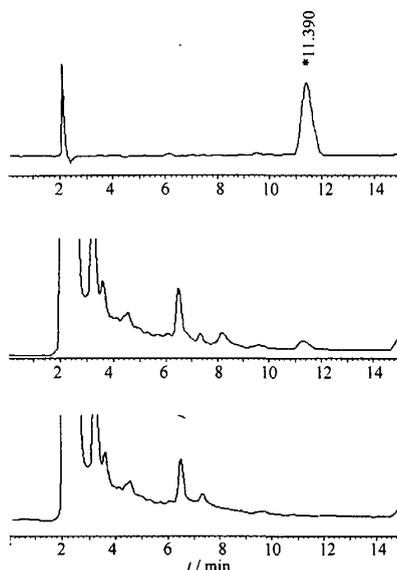


图 1 野黄芩苷对照品(A)、宫瘤宁片(B)和阴性对照(C)的 HPLC 图谱

Fig. 1 HPLC Chromatograms of scutellarin reference substance (A), Gongliuning Tablets (B), and negative sample (C)

2.6 精密度试验: 取同一野黄芩苷对照品溶液 6 μL, 连续进样 6 次, 测定峰面积积分值, 计算得其 RSD 为 0.28%。

2.7 稳定性试验: 取同一供试品溶液, 精密吸取 10 μL 注入液相色谱仪中, 分别于 0, 2, 4, 8, 12, 24 h 各进样一次, 测定野黄芩苷峰面积, 计算得其 RSD 为 0.88%。

2.8 回收率试验: 取同批(含野黄芩苷 0.115 mg/片)的样品 5 份, 约 2.5 g, 精密称定, 置具塞锥形瓶中, 精密加入野黄芩苷对照品溶液 25 mL (质量浓度为 0.0384 mg/mL), 制备供试品溶液, 测定样品中野黄芩苷的质量分数, 计算回收率。结果平均回收率为 96.4%, RSD 为 1.66% ( $n=6$ )。

2.9 测定结果: 取野黄芩苷对照品溶液和宫瘤宁片供试品溶液各 10 μL 进样测定, 采用外标法定量, 测定结果见表 1。

表 1 宫瘤片中野黄芩苷的测定结果 ( $n=3$ )Table 1 Determination of scutellarin in Gongliuning Tablets ( $n=3$ )

批号	野黄芩苷/(mg·片 <sup>-1</sup> )	RSD/%
20041201	0.116	2.12
20041205	0.120	2.35
20050109	0.095	1.24

### 3 讨论

本实验分别采用加热回流法、索氏提取法、超声提取法进行了比较研究,结果显示 3 种方法提取效率基本一致,但超声提取法操作方便。

该方法简便快速、结果准确可靠,可作为该制剂的质量控制依据。

## GC-MS 建立菖冰滴丸特征指纹图谱研究

魏 刚,林双峰,方永奇,刘东辉

(广州中医药大学第一附属医院 实验中心,广东 广州 510405)

菖冰滴丸是由石菖蒲挥发油、冰片等多味药制成,具有开窍醒脑、宁神益智之功效,用于急性期中风、脑功能损害。方中主要组分均具有挥发性。本实验采用 GC-MS 建立了滴丸的特征指纹图谱,以方中 4 个主要特征成分对方法学进行考察,结果理想。

### 1 仪器与材料

日本岛津 GC MS—QP5000 型气相色谱质谱联用仪;10 批次菖冰滴丸由广州中医药大学第一附属医院实验中心制备;针筒式微孔滤膜过滤器由天津市腾达过滤器厂生产;乙醚等试剂均为分析纯。

### 2 方法与结果

2.1 供试液配制:取菖冰滴丸 1.0 g 置 10 mL 磨口具刻度试管中,加水至 4.0 mL 摇匀使溶解完全;再加乙醚至约 8.0 mL,振摇萃取后,添加乙醚至 8.0 mL 刻度,密闭静置,取上清液进样分析。

2.2 色谱条件:GC:DB-1 石英毛细管色柱(30 m×0.25 mm),样口温度 250 °C,接口温度 230 °C,载气为氦气,体积流量 1.3 mL/min,柱压 80 kPa,分流比 30:1,进样量为 1.0 μL,升温程序:柱始温 60 °C,保持 1 min,以 5 °C/min 的速率升到 280 °C,保持 3 min,可达到较好分离。MS:EI 源(70 eV),双灯丝;质量范围  $m/z$  40~450 全程扫描,扫描间歇 1.0 s。

升温程序优选:取滴丸乙醚液分别在 10、5、2 °C/min 升温程序下进样分析比较,结果显示以 5 °C/min 为宜;10 °C/min 使龙脑、异龙脑分离不完全,2 °C/min 使分析时间过长。

### 2.3 方法学考察

2.3.1 记录图:取菖冰滴丸乙醚萃取液进样分析,结果表明:40~120 min 没有出峰,提示 40 min 内挥发性成分出峰完全。

2.3.2 精密度试验:取滴丸乙醚萃取液进样,连续 5 次,4 个主要特征峰异龙脑、龙脑、β-细辛醚和 α-细辛醚相对质量分数分别为(23.77±0.22)%、(35.0±0.38)%、(26.48±0.44)%、(2.08±0.04)%、RSD 分别为 0.92%、1.08%、1.67%、1.92%。结果表明:4 个指标成分相对质量分数 RSD 值均小于 3%,提示仪器精密度良好。

2.3.3 稳定性试验:取滴丸乙醚萃取液,分别在 1、2、4、24、48 h 进样 5 次,4 个主要特征峰异龙脑、龙脑、β-细辛醚和 α-细辛醚相对质量分数分别为(22.84±0.24)%、(35.0±0.58)%、(27.33±0.54)%、(1.95±0.12)%、RSD 分别为 1.06%、1.66%、1.98%和 6.15%。结果表明:4 个指标成分相对质量分数 RSD 值除 α-细辛醚为 6.15%外,其余均小于 3%,提示 48 h 内供试品溶液稳定性较好。

2.3.4 重现性试验:取同一批次菖冰滴丸 5 个样,分别萃取后进样分析,4 个主要特征峰异龙脑、龙脑、β-细辛醚和 α-细辛醚相对质量分数分别为(22.66±0.45)%、(35.52±1.17)%、(28.51±1.01)%、(2.04±0.10)%、RSD 分别为 1.98%、3.30%、3.56%和 5.13%。结果表明:4 个指标成分相对质量分数 RSD 值均小于 6%,提示重现性良好。

### 2.4 样品检测

2.4.1 样品检测:10 批次样品进样分析,总离子流

收稿日期:2005-12-11

基金项目:广东省科技计划项目(2004B33001022);广州中医药大学总体规划课题(GH206)

作者简介:魏 刚(1969—),男,副主任药师,硕士研究生导师,从事中药新药开发和中药 GC-MS 分析。

Tel: (020) 36591740 E-mail: weigang021@163.com